

⑤

Int. Cl. 2:

C 08 G 18/08

⑩ **BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**



DE 28 23 762 A 1

⑪

Offenlegungsschrift 28 23 762

⑫

Aktenzeichen: P 28 23 762.9

⑬

Anmeldetag: 31. 5. 78

⑭

Offenlegungstag: 14. 12. 78

⑮

Unionspriorität:

⑯ ⑰ ⑱

1. 6. 77 Österreich A 3877-77

⑳

Bezeichnung: Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von thermoplastischen Polyurethanen

㉑

Anmelder: Plate Bonn GmbH, 5300 Bonn

㉒

Erfinder: Endmann, Helmut, 5204 Lohmar; Imbach, Klaus-Peter, 5300 Bonn;
Knipf, Helmut, 5353 Mechernich; Wining, Sven, 5305 Gielsdorf

DE 28 23 762 A 1

OFFENLEGUNGSSCHRIFT

12. 78 809 850/854

8/80

Anmelder: Plate Bonn GmbH, Siemensstraße, 5300 Bonn

P A T E N T A N S P R Ü C H E

=====

- 1) Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von thermoplastischen Polyurethanen aus Polyhydroxyverbindungen, Diisocyanaten und niedermolekularen Kettenverlängerungsmitteln, bei dem die Ausgangskomponenten durch eine Mischzone und danach durch eine Reaktionszone geleitet werden, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß die Ausgangskomponenten in einer Mischzone vermischt werden, in der eine für die anschließende Polyadditionsreaktion ausreichende praktisch vollständige Durchmischung stattfindet, wobei die Produkttemperatur so niedrig ist, daß eine Reaktion der Komponenten weitgehend vermieden wird, und das Gemisch anschließend mittels einer Präzisionspumpe in einen Statikmischer von einer solchen Länge und Durchmesser eingespeist wird, daß bei einer das Ansetzen von Polymeren verhindernden Fließgeschwindigkeit die Reaktionskomponenten so lange im Statikmischer verbleiben, daß die Polyaddition erfolgt.
- 2) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Ausgangskomponenten in einem Statikvormischer vermischt werden.
- 3) Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Ausgangskomponenten in einen Statikvormischer eingespeist werden, dessen Verhältnis von Länge zu Durchmesser im Bereich 30:1 bis 500:1 liegt.

809850/0854

2823762

- 4) Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Gemisch in einen zweiten Statikmischer eingeführt wird, dessen Verhältnis zwischen Länge und Durchmesser im Bereich von 100:1 bis 1000:1 liegt.
- 5) Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Fließgeschwindigkeit im Vormischer mindestens 3 cm/sek. beträgt.
- 6) Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Fließgeschwindigkeit im zweiten Statikmischer mindestens etwa 1 cm/sek. beträgt.
- 7) Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Verweilzeit im Statikvormischer weniger als 10 Sekunden beträgt.
- 8) Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Verweilzeit im zweiten Statikmischer mindestens etwa 1/4 Minute beträgt.

809850/0854

- 3 -

Anmelder: Plate Bonn GmbH, Siemensstraße, 5300 Bonn

Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von
thermoplastischen Polyurethanen

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur
kontinuierlichen Herstellung von thermoplastischen Urethanen.

Es ist bekannt, thermoplastische Polyurethane in einem
kontinuierlichen Verfahren herzustellen. So wird gemäß
der DT-OS 1 964 834 in einem Vormischer ein Gemisch der
Ausgangskomponenten hergestellt, und dieses Gemisch wird
dann in einen ^{Mehrschnecken-}extruder dosiert. Bei diesem Verfahren muß
den Ausgangskomponenten ein Gleitmittel zugefügt werden,
um einen störungsfreien Durchgang durch den Extruder zu
ermöglichen. Der Zusatz von Gleitmitteln ist aber in manchen
Fällen unerwünscht, da er sich nachteilig auf die Weiterver-
arbeitungsmöglichkeiten bzw. Verwendungszwecke der Polyuretha-
ne auswirken kann. In der DT-OS 2 447 368 wird ein Verfahren
zur kontinuierlichen Herstellung von thermoplastischen
Polyurethan-Elastomeren beschrieben, bei dem die Komponenten
direkt in die Einzugszone des Mehrschneckenextruders dosiert
werden, wobei im Extruder ein bestimmtes Temperaturprofil
aufrechterhalten werden muß. Selbst bei optimaler Ausbildung
des Mehrschneckenextruders besteht die Gefahr des Rückmischens,
was dazu führen kann, daß der Reaktionsablauf gestört wird,

so daß das gebildete Polyurethan nicht völlig gleichmäßige Eigenschaften aufweist. Außerdem müssen bei diesem Verfahren verhältnismäßig hohe Temperaturen angewandt werden, die unerwünscht sind. Bei Anwendung niedrigerer Temperaturen ist es möglich, den Polyadditionsvorgang und damit die Eigenschaften der gewünschten Polyurethane genauer zu steuern.

Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabenstellung zugrunde, ein Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von thermoplastischen Polyurethanen zu finden, das in technisch einfacher Weise durchführbar ist, hohe Temperaturen nicht erfordert und zu Produkten mit außerordentlich gleichmäßigen Eigenschaften führt.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von thermoplastischen Polyurethanen aus Polyhydroxyverbindungen, Diisocyanaten und niedermolekularen Kettenverlängerungsmitteln, bei dem die Ausgangskomponenten durch eine Mischzone und danach durch eine Reaktionszone geleitet werden, dadurch gekennzeichnet, daß die Ausgangskomponenten in einer Mischzone vermischt werden, in der eine für die anschließende Polyadditionsreaktion ausreichende praktisch vollständige Durchmischung stattfindet, wobei die Produkttemperatur so niedrig ist, daß eine Reaktion der Komponenten weitgehend vermieden wird, und das Gemisch anschließend mittels einer Präzisionspumpe in einen Statikmischer von einer solchen Länge und Durchmesser eingespeist wird, daß bei einer das Ansetzen von Polymeren verhindernden Fließgeschwindigkeit die Reaktionskomponenten so lange im Statikmischer verbleiben, daß die Polyaddition erfolgt.

Zum Vermischen der Ausgangskomponenten in der Mischzone können alle geeigneten Vorrichtungen eingesetzt werden, die eine möglichst vollständige Durchmischung der Komponenten ermöglichen. Beispiele hierfür sind Gefäße mit Intensivrührern, in die die Ausgangskomponenten genau eindosiert werden. Besonders bevorzugt wird das Vermischen in einem Statikvormischer durchgeführt. Dieser hat den Vorteil, daß er keine beweglichen Teile enthält und daß eine extrem gute Durchmischung in kürzester Zeit erfolgt. Bevorzugt wird das Vermischen der Ausgangskomponenten in einem Statikvormischer durchgeführt, der die Mischzone bildet.

6
säuren, vorzugsweise Caprolacton vorzugsweis ohne Zusatz anderer Polyester-bildender Reaktionskomponenten erhalten wurden. Insbesondere geringe Zusätze von anderen Ausgangskomponenten, d.h. Dicarbonsäuren und Polyolen sind jedoch auch möglich.

Als Diisocyanate werden ebenfalls die auf diesem technischen Gebiet üblichen Verbindungen eingesetzt, wie Diphenylmethandiisocyanat, handelsübliche Gemische der Isomeren von Toluylendiisocyanaten, 1,6-Hexamethylen-diisocyanat. Besonders bevorzugt sind die unter den Abkürzungen TDI und MDI bekannten Toluoldiisocyanate bzw. Diphenylmethandiisocyanate.

Als Kettenverlängerungsmittel werden ebenfalls die nach dem Stand der Technik zur Herstellung von Polyurethan verwendeten Produkte eingesetzt, insbesondere niedermolekulare Diole mit 2 bis 10 C-Atomen in der Kette wie 1,4-Butandiol, 1,3-Butandiol, 1,2-Propandiol, Äthylenglykol, 1,6-Hexandiol, Neophentylglycol. Es können auch Diole eingesetzt werden, die Äther-Sauerstoffatome in der Kette enthalten, wie Diäthylenglykol, Triäthylenglykol usw.

Als Kettenwachstumsregler werden ebenfalls die auf diesem technischen Gebiet üblichen Produkte verwendet, wie einwertige aliphatische Alkohole oder Aminoalkohole mit etwa 10 bis 14 Kohlenstoffatomen. Besonders bevorzugt ist wie gemäß dem Stand der Technik das Dodekanol.

Die Polyhydroxyverbindungen und Diisocyanate werden in annähernd stöchiometrischen Mengen eingesetzt. Ein geringer Überschuß der einen oder der anderen Komponente ist möglich. Die Menge der Kettenverlängerungsmittel und der Kettenwachstumsregler richtet sich nach den gewünschten Eigenschaften des herzustellenden Polyurethans.

Unter Statikmischern werden im Sinne der vorliegenden Erfindung die auf dem Markt befindlichen Vorrichtungen verstanden, die u.a. in den US-PS 3 286 992, 3 664 638, 3 704 006, 3 775 063, 3 800 985 und 3 806 097 beschrieben sind. Diese Statikmischer sind Rohre, deren Länge im Verhältnis zu ihrem Durchmesser sehr groß ist. Als untere Grenze für das Verhältnis zwischen Länge und Durchmesser wird beispielsweise ein Verhältnis von 40:1 genannt. Für den Statikvormischer kann ein solches verhältnismäßig kleines Verhältnis ausreichend sein. Für den Statikmischer, in dem die Polyaddition stattfindet, sind in der Regel größere Verhältnisse zweckmäßig, z.B. von etwa 100:1 bis zu 1000:1. Innerhalb des Rohres sind fest angeordnete Mischelemente angeordnet, die eine außerordentlich schnelle und vollständige Durchmischung der das Rohr durchfließenden Komponenten bewirken. Als Ausgangsstoffe zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens werden die zur Herstellung von thermoplastischen Polyurethanen nach dem Stand der Technik verwendeten Verbindungen eingesetzt. Danach werden Polyhydroxylverbindungen, Diisocyanate und Kettenverlängerungsmittel gegebenenfalls zusammen mit Kettenwachstumsreglern zur Reaktion gebracht. Als Polyhydroxylverbindungen sind Hydroxylgruppen aufweisende Polyester und Polyäther geeignet. Von geringerer Bedeutung sind Polyesteramide oder Polycarbonate. Besonders bevorzugt sind lineare Polyester mit Molekulargewichten im Bereich von etwa 800 bis 4000. Es werden vorzugsweise lineare Polyester eingesetzt, die aus Dicarbonsäuren und Diolen erhalten werden. Beispiele für geeignete Dicarbonsäuren sind Bernsteinsäure, ^{Azelainsäure} Sebacinsäure, Therephthalsäure und besonders bevorzugt Adipinsäure. Beispiele für Diole sind 1,4-Butandiol, 1,3-Butandiol, Äthylenglycol, 1,6-Hexandiol und Neopenthylglycol. Die Polyester können aus mehreren dieser Ausgangsstoffe hergestellt sein. Es können auch Polyester verwendet werden, die aus {-Oxycarbon-

Den Ausgangskomponenten können auf diesem Gebiet übliche Katalysatoren, Stabilisatoren, Extender, usw. zugesetzt werden.

Die Ausgangsstoffe zur Durchführung des Verfahrens gemäß der Erfindung werden in ^{eine Mischzone, bevorzugt in} einen Statikvormischer eingespeist. Dazu können die Kettenverlängerungsmittel und gegebenenfalls Kettenwachstumsregler der Polyhydroxylverbindung zunächst in den gewünschten Mengenverhältnissen beigemischt werden, da zwischen diesen Verbindungsgruppen keine unerwünschte Reaktion eintritt. Hiervon getrennt muß jedoch die Diisocyanat-Komponente dem Vormischer zugefügt werden. Die Aufgabe des Statikvormischers besteht darin, in möglichst kurzer Zeit eine möglichst weitgehende Durchmischung der Komponenten zu erzielen, wobei jedoch eine Reaktion zwischen den Komponenten weitgehend vermieden werden soll. Aus diesem Grund sind eine hohe Fließgeschwindigkeit und eine kurze Verweilzeit erwünscht. Zweckmäßig beträgt die Verweilzeit weniger als 10 Sekunden, bevorzugt weniger als 5 Sekunden, besonders bevorzugt weniger als 2,5 Sekunden.

Die Fließgeschwindigkeit beträgt zweckmäßig mindestens etwa 3 cm/sek., bevorzugt mindestens etwa 5 cm/sek. und besonders bevorzugt mindestens etwa 10 cm/sek. Die obere Grenze für die Fließgeschwindigkeit ist nicht so kritisch, und sie hängt im wesentlichen ab davon, daß eine apparatemäßig leichte Durchführung des Verfahrens gewährleistet ist. Beispielsweise kann die obere Grenze für die Fließgeschwindigkeit im Statikvormischer bei etwa 100 cm/sek., vorzugsweise höchstens bei etwa 80 cm/sek. und besonders bevorzugt ^{höchstens} bei etwa 50 cm/sek. liegen.

Wie bereits oben ausgeführt, ist das Verhältnis von Länge zu Durchmesser des Statikvormischers groß. Es liegt zweckmäßig mindestens etwa bei 30:1, bevorzugt mindestens bei etwa 40:1, und besonders bevorzugt mindestens bei etwa 50:1. Die obere

Grenze ist nicht besonders kritisch. Wesentlich ist, daß eine vollständige Durchmischung der Komponenten erfolgt. Die Gefahr des Ansetzens von Polymeren an der Wandung ist im Vormischer praktisch nicht gegeben, weil die Temperatur so niedrig gehalten wird, daß eine Reaktion in nennenswertem Umfang noch nicht eintritt. Im allgemeinen wird es aber zweckmäßig sein, daß im Statikvormischer das Verhältnis nicht über 500:1, bevorzugt nicht über etwa 300:1 und besonders bevorzugt nicht etwa über 100:1 liegt. Die absoluten Maße hängen ab von der Kapazität der Anlage. Bei einer Durchflußmenge von z.B. 30 kg pro Stunde ist z.B. ein Vormischer geeignet, der eine Länge von etwa 400 mm und einen inneren Durchmesser von etwa 8 mm aufweist.

Die Temperatur der Reaktionskomponenten im Vormischer wird so niedrig gehalten, daß eine Reaktion soweit als möglich vermieden wird. Gewisse erhöhte Temperaturen sind erforderlich, weil die Ausgangsprodukte teilweise bei Normaltemperaturen im festen Zustand vorliegen. In diesem Fall werden sie aufgeschmolzen und in flüssigem Aggregatzustand miteinander vermischt. Im einzelnen richten sich deshalb die Temperaturen nach den Schmelzpunkten und den Mischschmelzpunkten der jeweils eingesetzten Ausgangsstoffe. Da im Vormischer praktisch noch keine Polyadditionsreaktion eintritt, erfolgt praktisch keine Erhöhung der Viskosität, und der Durchfluß ist leicht möglich. Es ist deshalb nicht erforderlich, die Ausgangskomponenten unter hohem Druck dem Vormischer zuzuleiten, was technisch die Durchführung des Verfahrens sehr erleichtert. Die Dosierung der einzelnen Komponenten erfolgt in an sich bekannter Weise mittels Präzisionsdosierpunkten, die über an sich bekannte Reglereinrichtungen gesteuert werden.

Das den Statikvormischer verlassende Gemisch wird mittels einer Präzisionspumpe einem zweiten Statikmischer zugeführt, in dem die Polyadditionsreaktion stattfindet. Als Präzisionspumpen eignen sich besonders Zahnradpumpen. Es können aber auch andere Pumpen eingesetzt werden, wie Präzisionskolbenpumpen. Wesentlich ist, daß die Präzisionspumpen eine möglichst geringe Lässigkeit aufweisen, d. h. daß im wesentlichen kein Rückstrom erfolgt.

Aufgrund der verhältnismäßig hohen Durchflußgeschwindigkeit durch den Vormischer und das unmittelbare Abtransportieren des Gemisches durch die Präzisionspumpe wird eine unerwünschte und unkontrollierbare Reaktion in diesem Bereich der Verfahrensdurchführung vermieden. Selbstverständlich wird im gesamten Bereich unter Ausschluß von Feuchtigkeit, und zweckmäßig unter Schutzgasatmosphäre (Stickstoff) gearbeitet, wie dies auch bei den bekannten Vorrichtungen zur kontinuierlichen Polyurethan-Herstellung der Fall ist. Das die Präzisionspumpe verlassende Gemisch gelangt in einen zweiten Statikmischer, in dem bei erhöhten Temperaturen die Polyaddition erfolgt. Die Polyadditionsreaktion verläuft exotherm. Es ist zweckmäßig, zunächst am Anfang des zweiten Statikmischers Wärme zuzuführen, um die Reaktion in Gang zu bringen. Im weiteren Bereich kann es dann erforderlich sein, die Wärme abzuführen, um die Temperatur innerhalb des gewünschten Bereiches zu halten. Um eine vollständige Polyaddition zu erzielen, muß der zweite Statikmischer erheblich länger sein als der Statikvormischer. Der zweite Statikmischer zeichnet sich ebenfalls aus durch ein hohes Verhältnis von Länge zu Durchmesser. Es beträgt zweckmäßig mindestens etwa 100:1, bevorzugt mindestens etwa 200:1 und besonders bevorzugt mindestens etwa 400:1. Der obere Grenzwert für dieses Verhältnis ist wiederum nicht besonders kritisch. Er hängt ab von den sonstigen Parametern, insbesondere davon, wann die Reaktion in gewünschtem Ausmaß beendet ist. Es ist natürlich nicht sinnvoll, die Länge so zu wählen, daß das Polyurethan nach praktisch vollständiger

Polykondensation noch durch das Rohr gepresst werden muß.
Im allgemeinen liegt die obere Grenze für Verhältnis von Länge zu Durchmesser bei etwa 1000:1, bevorzugt bei etwa 800:1 und besonders bevorzugt bei etwa 600:1.

Es kann zweckmäßig sein, daß der zweite Statikmischer, in dem die Polyaddition stattfindet, nicht einen gleichmäßigen Durchmesser über die gesamte Länge aufweist. Da mit fortschreitender Polyaddition die Viskosität ansteigt, kann es zweckmäßig sein, mit fortschreitender Polyaddition den Durchmesser des zweiten Statikmischers zu erweitern. Dies kann kontinuierlich erfolgen, es können aber auch Rohre mit verschiedenem Durchmesser aneinandergereiht werden. Die oben angegebenen Werte für die Verhältnisse von Länge zu Durchmesser beziehen sich in derartigen Fällen auf das mittlere Verhältnis von Länge zu Durchmesser.

Die absoluten Abmessungen hängen wie beim Statikvormischer von der Kapazität der Anlage ab. Bei einer Kapazität von z.B. 30 kg/Std. hat sich ein Statikmischer mit einer Länge von 1000 cm und einem mittleren Durchmesser von 2 cm als geeignet erwiesen. Es kann aber in diesem Fall beispielsweise auch mit einem Statikmischer einer Länge von etwa 600 cm und einem mittleren Durchmesser von etwa 1 cm gearbeitet werden.

Die Abmessungen werden so ausgewählt, daß eine ausreichende Fließgeschwindigkeit erzielt wird, bei der ein Ansetzen des Reaktionsprodukts an den Wandungen des Mischers vermieden wird. Geeignete mittlere Fließgeschwindigkeiten liegen bei mindestens etwa 1 cm/sek., bevorzugt bei mindestens etwa 2 cm/sek., besonders bevorzugt bei mindestens etwa 4 cm/sek. Die obere Grenze für die Fließgeschwindigkeit ist nicht besonders kritisch. Sie wird im wesentlichen bestimmt durch die Viskosität des erhaltenen Polyurethans, da dieses verhältnismäßig hochviskose Produkt naturgemäß nicht so schnell durch den Mischer strömen kann wie eine dünnflüssige Flüssigkeit. In der Regel wird die obere Grenze für die Fließgeschwindigkeit

keit im zweiten Statikmischer nicht über 40 cm/sek., bevorzugt nicht über 20 cm/sek. und besonders bevorzugt nicht über 10 cm/sek. liegen.

Die Verweilzeiten im zweiten Statikmischer, in dem die Polyaddition stattfindet, werden so eingestellt, daß in Abhängigkeit von der angewandten Temperatur des Reaktionsgemisches die Polyaddition erfolgt. Zweckmäßig beträgt die Verweilzeit mindestens etwa 1/2 Minute, bevorzugt mindestens etwa 1/2 Minute und besonders bevorzugt mindestens etwa 1 Minute. Die obere Grenze der Verweilzeit wird im wesentlichen durch Wirtschaftlichkeit-Gesichtspunkte bestimmt. Man wird also eine Temperatur wählen, bei der eine nicht zu lange Verweilzeit erforderlich ist, um nicht zu lange Mischer einsetzen zu müssen. Beispiele für die obere Grenze der Verweilzeit sind etwa 10 Minuten, bevorzugt höchstens etwa 5 Minuten und besonders bevorzugt höchstens etwa 2 Minuten.

Die Temperaturen des Reaktionsgemisches werden, wie bereits dargelegt, so gewählt, daß eine zügige Polykondensation stattfindet. Grundsätzlich werden die nach dem Stand der Technik bekannten Temperaturen angewandt. Sie liegen also z.B. im Bereich von etwa 70°C bis etwa 250°C. Ein besonderer Vorteil des Verfahrens der Erfindung liegt darin, daß bei verhältnismäßig niedrigen Temperaturen kondensiert werden kann, z.B. im Bereich von etwa bis zu 150°C, bevorzugt etwa 130°C.

Grundsätzlich wird im allgemeinen die Verweilzeit umso kürzer sein, je höher die Reaktionstemperatur liegt.

Die von der Präzisionspumpe in den zweiten Statikmischer eingespeisten Mengen müssen koordinieren mit den in den Vormischer eingespeisten Mengen der Ausgangsprodukte. Dies wird über an sich bekannte geeignete Regel- und Steuergeräte erzielt.

- 10 -

Nach V rlassen des Mischers, in dem die Polyaddition erfolgt wird das Polyurethan zweckmäßig einer an sich bekannten Nachtemperung ausgesetzt. Der Umfang der Nachtemperung wird in an sich bekannter Weise dem Umfang der im Reaktor durchgeführten Polyaddition angepaßt. Je weiter die Polyaddition im Reaktor zum Abschluß gekommen ist, desto geringer ist eine Nachtemperung erforderlich. Umgekehrt muß naturgemäß die Nachtemperung länger durchgeführt werden, wenn im Reaktor die Polyaddition noch nicht so weit vorangetrieben wurde. Diese Verhältnisse sind dem Fachmann auf dem Gebiet der Herstellung von Polyurethan bekannt. Es kann dann granuliert und in üblicher Weise zu den verschiedensten Endprodukten weiter verarbeitet werden wie Folien, Heißschmelzklebern, Lösungsklebstoffen usw.

In der beiliegenden Zeichnung ist die Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens gemäß der Erfindung schematisch erläutert. Der Vorratsbehälter 1 enthält das Diisocyanat. Der Vorratsbehälter 2 enthält das Gemisch der Polyhydroxyverbindungen und sonstigen Bestandteile des Reaktionsgemisches mit Ausnahme des Diisocyanats. Diese Komponenten werden über Dosierpumpen 3 und 4 pneumatischen Regelventilen 5 und 6 zugeleitet. Regler 7 bzw. 7a steuern die Ventile in Verbindung mit nicht dargestellten Zählern, die die tatsächlich eingespeiste Menge der Komponenten feststellen. Die so zugeführten Ausgangskomponenten werden dem heizbaren Statikvormischer 8 zugeführt. Darin erfolgt die Mischung der Komponenten, wobei die Reaktion jedoch weitgehend vermieden wird. Das den Statikvormischer 8 verlassende Gemisch wird über die Präzisionspumpe 9 dem zweiten Statikmischer 10 zugeleitet, der heiz- und kühlbar ist, und in dem die Polyaddition stattfindet. Die Pumpe 9 wird durch einen regelbaren Motor 11 angetrieben, der über ein Regelgerät 12 gesteuert wird. Die Steuerung erfolgt in Abhängigkeit von den den Statikvormischer 8 verlassenden Mengen und den gewünschten Fließgeschwindigkeiten. Die Heiz- bzw. Kühlvorrichtungen der Statikmischer werden durch Regelgeräte in gewünschter Weise gesteuert. Das den Statikmischer 10 verlassende Polyurethan wird an sich bekannten Vorrichtungen zur weiteren Aufarbeitung zugeleitet.

809850/0854

- 11 -

Beispiel 1

Eine Mischung aus 100 Gewichtsteilen eines Polyesters, hergestellt aus Adipinsäure und 1,4-Butandiol mit der OH-Zahl 56, 3.375 Gewichtsteilen 1,4-Butandiol, 3.375 Gewichtsteilen 1,3-Butandiol und 0,93 Gewichtsteilen n-Dodecanol werden mit 38,75 Gewichtsteilen 4,4-Diphenylmethan-diisocyanat mittels Dosierpumpen in den Statikvormischer dosiert. Die Temperatur liegt bei etwa 50°C.

Mittels der Förderpumpe wird die Mischung in einen zweiten Statikmischer (Reaktor) gefördert. Das Temperaturprofil im Reaktor ist etwa wie folgt:

1. Zone etwa 120°C
2. Zone etwa 100°C
3. Zone etwa 100°C

Die drei Zonen haben etwa gleiche Längen. Die Gesamtverweilzeit liegt bei 6 bis 8 Minuten. Das den zweiten Statikmischer verlassende Polyurethan wird einer Nachtemperung im Heizschrank bei 110°C während 6 bis 12 Stunden ausgesetzt.

Beispiel 2

Eine Mischung aus 100 Gewichtsteilen eines Polyesters, hergestellt aus Adipinsäure und Äthandiol/Butandiol im Verhältnis 7/3 mit 12,5 Gewichtsteilen Neopentylglykol wird mit 42,5 Gewichtsteilen 4,4-Diphenylmethandiisocyanat in den Vormischer dosiert. Die Temperatur soll 60°C nicht überschreiten.

Mittels der Förderpumpe wird das den Vormischer verlassende Gemisch in den zweiten Statikmischer (Reaktor) gefördert. Das Temperaturprofil im Reaktor liegt etwa wie folgt, wobei die drei Zonen etwa gleiche Länge haben:

1. Zon 135°C
2. Zone 110°C
3. Zone 120°C

Die Gesamtverweilzeit liegt bei 8 bis 10 Minuten. Das den zweiten Statikmischer verlassende Polyurethan wird 6 bis 12 Stunden bei etwa 110°C nachgetempert.

Beispiel 3:

Ein Gemisch aus 100 Gewichtsteilen des in Beispiel 1 beschriebenen Polyesters, 3,375 Gewichtsteilen 1,4-Butandiol, 3,375 Gewichtsteilen 1,3-Butandiol und 0,66 Gewichtsteilen n-Dodecanol sowie 32,0 Gewichtsteile 4,4-Diphenylmethandiisocyanat werden mittels Dosierpumpen in den Statikvormischer dosiert. Die Temperatur im Statikvormischer liegt bei etwa 50°C.

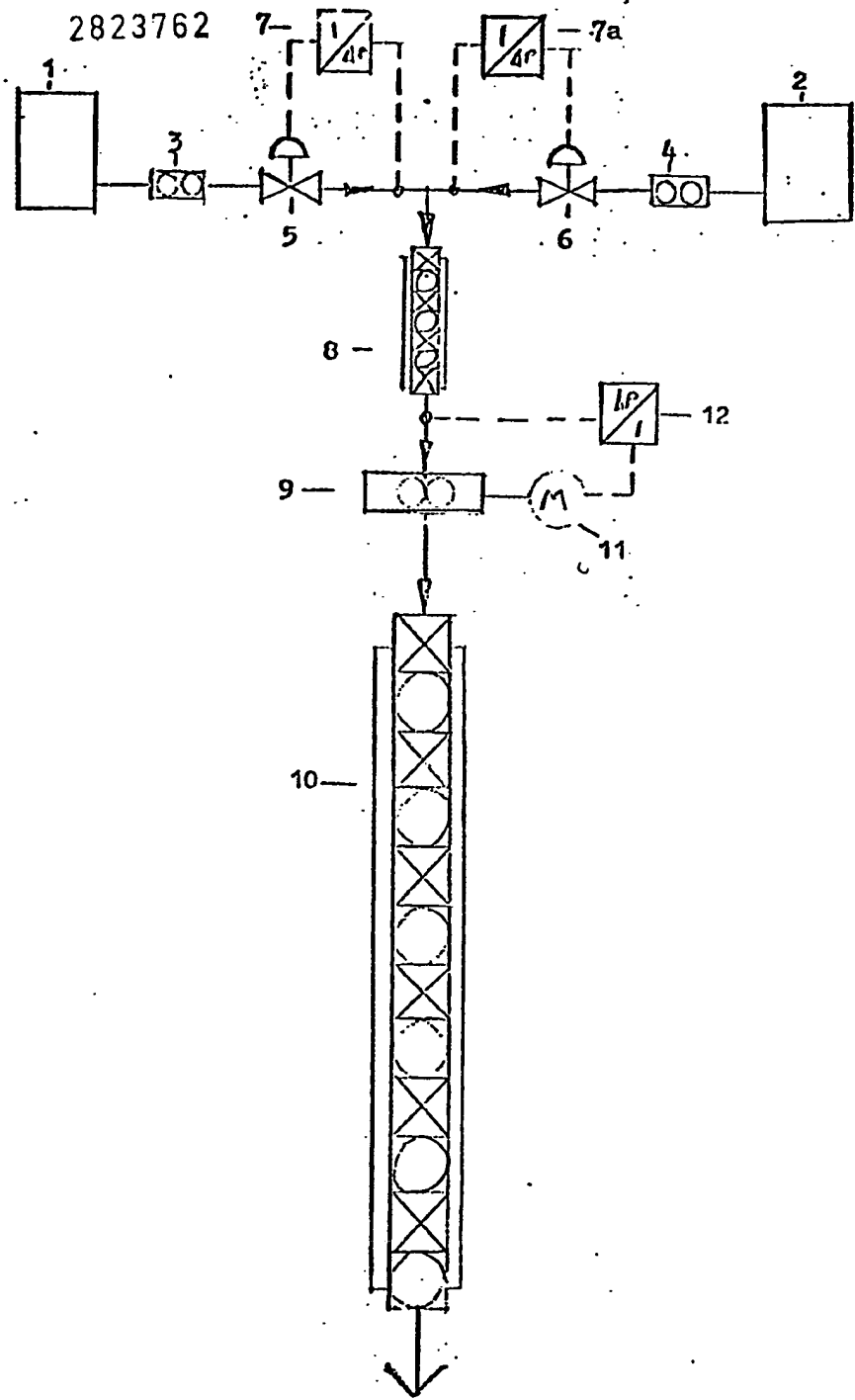
Mittels einer Präzisions-Zahnrad-Spinpumpe wird die Mischung in den zweiten Statikmischer gefördert. Das Temperaturprofil im zweiten Mischer (Reaktor) liegt im gesamten Bereich bei etwa 107 bis 120°C. Das Verhältnis zwischen Länge und Durchmesser des Reaktors beträgt 580:1. Der Durchsatz beträgt etwa 30 kg/Std. Die Verweilzeit liegt bei etwa 1 Minute. Das den zweiten Statikmischer verlassende Polyurethan wird einer Nachtemperung im Heizschrank bei 110°C während 4 bis 6 Stunden ausgesetzt.

Beispiel 4:

Eine Mischung aus 6009 Gewichtsteilen eines Polyesters, hergestellt aus Adipinsäure und 1,6-Hexandiol, 528 Gewichtsteilen 1,3-Butandiol und 54,6 Gewichtsteilen n-Dodecanol sowie 2308 Gewichtsteile 4,4-Diphenylmethan-diisocyanat werden mittels Dosierpumpen in den Statikvormischer dosiert. Die Temperatur liegt bei etwa 50°C. Mittels der im Beispiel 3 beschriebenen Pumpe wird die Mischung in den zweiten Statikmischer gefördert. Das Temperaturprofil im zweiten Statikmischer (Reaktor) beträgt über den gesamten Reaktor etwa 110 bis 120°C. Die Gesamtverweilzeit im Reaktor beträgt etwa 1,5 Minuten. Die Durchsatzmenge beträgt etwa 25 kg pro Stunde. Abmessungen des Reaktors und Nachtemperung sind wie im Beispiel 3 angegeben.

-15-

Nummer: 28 23 762
 Int. Cl.2: C 08 G 18/08
 Anmeldetag: 31. Mai 1978
 Offenlegungstag: 14. Dezember 1978



809850/0854

ORIGINAL INSPECTED